

明 細 書

半導体処理装置の石英製品の検査方法及び検査補助デバイス

技術分野

- [0001] 本発明は、半導体処理装置の石英製品の検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する検査方法及び同方法で使用される検査補助デバイスに関する。例えば、石英製品は、熱処理装置の処理雰囲気に接する反応管、基板保持具、断熱部材からなる。ここで、半導体処理とは、半導体ウエハやLCD(Liquid crystal display)やFPD(Flat Panel Display)用のガラス基板などの被処理基板上に半導体層、絶縁層、導電層などを所定のパターンで形成することにより、該被処理基板上に半導体デバイスや、半導体デバイスに接続される配線、電極などを含む構造物を製造するために実施される種々の処理を意味する。

背景技術

- [0002] 半導体デバイスの製造においては、被処理基板、例えば半導体ウエハに、CVD(Chemical Vapor Deposition)、酸化、拡散、改質、アニール、エッチングなどの処理を施すため、各種の処理装置が用いられる。この種の処理装置としては、多数枚のウエハを一度に熱処理する縦型熱処理装置が知られている。通常、縦型熱処理装置は、ウエハを収納するための気密な縦型の反応管(処理室)を有する。反応管の底部にはロードポートが形成され、これはエレベータによって昇降される蓋体によって選択的に開放及び閉鎖される。反応管内においてウエハはウエハポートと呼ばれる保持具により、互いに間隔をあけて積み重ねた状態で保持される。ウエハポートは、ウエハを搭載すると共に蓋体上に支持された状態で、エレベータによってロードポートを通して反応管内にロード及びアンロードされる。
- [0003] 縦型熱処理装置においては、ごく僅かな量ではあるが、金属不純物がウエハの表面の薄膜中に取り込まれる金属汚染が起こることがある。半導体デバイスが高密度化及び高集積化するに伴って、半導体デバイス中の膜は増々薄くなり、デバイス特性は金属汚染に対して敏感となっている。このため、デバイス特性を向上させる上で、このような金属汚染に対する対策が必要となっている。本発明者等によれば、この金属

汚染には、反応管、ウェハボート、ウェハボートを支持する保温筒などの石英製品中に含まれる金属不純物が関与していることが見出されている。

発明の開示

[0004] 本発明の目的は、半導体処理装置の石英製品の検査対象部中に含まれる金属不純物を、非破壊検査により同定できるようにすることにある。

[0005] 本発明の第1の視点は、半導体処理装置の石英製棒状部材の検査対象部をエッチング液からなる処理液に接触させ、次に前記処理液を分析して前記検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる検査補助デバイスであって、ここで、前記棒状部材は前記検査対象部を挟んで位置する1対の凹部を有することと、そして前記デバイスは、

前記1対の凹部と係合する1対の端板と、

前記1対の端板を接続するフレームと、

前記1対の端板間に配設された液受け部と、前記液受け部は、前記処理液を貯留すると共に、前記検査対象部を前記処理液に接触させる寸法を有することと、を具備する。

[0006] 本発明の第2の視点は、半導体処理装置の石英製反応管の検査対象部をエッチング液からなる処理液に接触させ、次に前記処理液を分析して前記検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる検査補助デバイスであって、ここで、前記石英製反応管は曲面状表面上に前記検査対象部を有することと、そして前記デバイスは、

前記曲面状表面に密接する底面を有し、前記曲面状表面と協働して前記検査対象部を包囲し且つ前記処理液を貯留するための液受け部を形成する環状部材、を具備する。

[0007] 本発明の第3の視点は、半導体処理装置の石英製品の検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する検査方法であって、

前記検査対象部を液体に接触させるための液受け部を形成する検査補助デバイスを前記石英製品上に配置する工程と、

前記液受け部に入れたエッチング液からなる処理液に前記検査対象部を所定時

間接触させることにより、前記検査対象部のエッチングを行う工程と、

前記エッチング後の前記処理液を分析装置で分析して前記検査対象部中に含まれる前記金属不純物を同定する工程と、

を具備する。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]図1は、図12に示す装置のウェハボート(基板保持具)を示す斜視図である。

[図2]図2は、図12に示す装置の反応管(処理室)を示す縦断側面図である。

[図3A]図3Aは、ウェハボートの支柱の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる検査補助デバイスを示す斜視図である。

[図3B]図3Bは、図3Aに示す検査補助デバイスの縦断側面図である。

[図3C]図3Cは、図3Aに示す検査補助デバイスの端面図である。

[図4A]図4Aは、反応管の曲面状内面の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる検査補助デバイスを示す斜視図である。

[図4B]図4Bは、図4Aに示す検査補助デバイスの縦断側面図である。

[図5A]図5Aは、検査補助デバイスを使用してウェハボートの支柱の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査の工程を示す図である。

[図5B]図5Bは、図5A中の部分VBを拡大して示す斜視図である。

[図5C]図5Cは、図5Aに続く検査の工程を示す図である。

[図6]図6は、表面から1 μ mの深さまで石英をエッチングするためのフッ酸の濃度とエッチング時間との関係を示す図である。

[図7A]図7Aは、検査補助デバイスを使用して反応管の曲面状内面の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査の工程を示す図である。

[図7B]図7Bは、図7Aに続く検査の工程を示す図である。

[図8A]図8Aは、エッチング後の処理液の分析の工程を示す図である。

[図8B]図8Bは、図8Aに続く検査の工程を示す図である。

[図8C]図8Cは、図8Bに続く検査の工程を示す図である。

[図8D]図8Dは、図8Cに続く検査の工程を示す図である。

[図9A]図9Aは、ウェハボートの支柱の表面層中に含まれる金属不純物を同定する

検査に用いる別の検査補助デバイスを示す斜視図である。

[図9B]図9Bは、図9Aに示す検査補助デバイスの縦断側面図である。

[図9C]図9Cは、図9Aに示す検査補助デバイスの端面図である。

[図10A]図10Aは、反応管の曲面状内面の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる別の検査補助デバイスを示す斜視図である。

[図10B]図10Bは、反応管の曲面状内面の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる更に別の検査補助デバイスを示す斜視図である。

[図11]図11は、実験1、2により得られたICP-MS及びAASの検出下限値を示す特性図である。

[図12]図12は、半導体ウエハを熱処理(ここでは酸化処理)する縦型熱処理装置を示す概略図である。

発明を実施するための最良の形態

[0009] 本発明者等は、本発明の開発の過程で、縦型熱処理装置において生じるウエハの金属汚染について研究した。その結果、本発明者等は、以下に述べるような知見を得た。

[0010] 反応管、ウエハボート、保温筒などの石英製品中には微量ながら銅、鉄などの金属不純物が含まれる。金属不純物は、石英素材に元々含まれていたもの、或いは石英素材を加工している段階で混入したものであると考えられる。金属不純物を含む石英製品を用いてウエハWに対して熱処理を行うと、金属不純物が石英製品から離脱して処理雰囲気中に拡散する。このため、ごく僅かな量ではあるが、金属不純物がウエハWの表面の薄膜中に取り込まれて金属汚染が起こる。

[0011] 半導体デバイスが高密度化及び高集積化するに伴って、半導体デバイス中の膜は増々薄くなり、デバイスの特性は金属汚染に対して敏感となっている。このため、石英製品の表層部内の金属不純物濃度を予め調べ、その装置についての仕様を保証する必要がある。また、新品の石英製品、洗浄後の石英製品を安心して使用するためには、実際にその石英製品を使ってもウエハWが汚染されないことを保証するための高精度な分析技術を確立することが必要となる。

[0012] 石英製の試料片中に含まれる金属不純物の濃度を求める方法は、例えば、特許文

献1(特表2003-522708号公報(第1の実施形態、図1及び図2))及び特許文献2(特開2001-223251号公報(第1の実施形態、図1及び図2))に開示される。これらの方法では、試料片を、例えばフッ酸などのエッチング液中に浸漬し、金属不純物をエッチング液中に溶解させる。次に、このエッチング液を、例えば原子吸光分析装置(AAS)、誘導結合プラズマ原子発光分析装置(ICP-AES)、誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)などを用いて分析する。これにより、試料片中に含まれる金属不純物の濃度を求める。

[0013] 特許文献1や特許文献2に記載の方法では、縦型熱処理装置などの半導体処理装置に適用した場合、石英製品から試料片を切り出す必要がある。何故なら、縦型熱処理装置の反応管やウエハポートなどの石英製品は一般的に大型であり、石英製品のままで検査対象部をエッチングしてそのエッチング液を回収することが難しい。このため、これら方法によれば、例えば反応管の場合にはポリエチレンの袋に入れてハンマーで粉砕し、またウエハポートの場合には一部を切り取るなどして、試料片を得て検査を行うことが必要となる。

[0014] 現在、ウエハWの金属汚染を発生させた石英製品を再使用可能にする手だてがないため、このような石英製品は粉砕しても問題はない。しかし、最近、例えば塩化水素ガスを用いた石英製品の洗浄技術が確立しつつある。このため、石英製品の検査対象部中に含まれる金属不純物を同定するにあたり、石英製品を再使用可能に維持するような、非破壊検査が必要となっている。また、試料片をエッチング液中に浸漬すると、試料片の切断面の金属不純物までエッチング液中に溶解込む。この場合、検査対象部の金属不純物を高精度に検出することができなくなる。

[0015] 以下に、このような知見に基づいて構成された本発明の実施形態について図面を参照して説明する。なお、以下の説明において、略同一の機能及び構成を有する構成要素については、同一符号を付し、重複説明は必要な場合にのみ行う。

[0016] 図12は、半導体ウエハを熱処理(ここでは酸化処理)する縦型熱処理装置を示す概略図である。図12に示すように、この処理装置は、被処理基板である半導体ウエハWの熱処理雰囲気を区画するための石英製の縦型反応管(処理室)1を有する。反応管1内の下端部にはロードポート16が形成され、これは、昇降可能な蓋体11に

より開閉される。蓋体11上には、断熱部材である保温筒10を介して、複数のウエハWを支持するウエハボート(基板保持具)2が着脱可能に支持される。保温筒10及びウエハボート2は石英製である。ウエハボート2は、例えば25〜50枚のウエハWを、間隔をおいて縦方向に積重ねた状態で支持することができる。

[0017] 反応管1の外側を囲むように、反応管1内の雰囲気を加熱する(酸化処理時には、例えば1000℃まで)ためのヒータ13及び13aが配設される。反応管1の下端近傍の側面には、反応管1内に処理ガス(例えば水素ガス及び酸素ガスを含む)を導入する処理ガス導入管14が挿通される。処理ガス導入管14は、マスフローコントロール(MFC)(図示せず)を介して処理ガス供給源GSに接続される。一方、反応管1の上端には排気口15が形成され、これは真空排気ポンプなどを含む排気部GEに接続される。排気部GEにより、反応管1内の雰囲気が排出されると共に、所定の圧力(真空度)に設定可能となる。

[0018] 図1は、図12に示す装置のウエハボート(基板保持具)2を示す斜視図である。図1に示すように、ウエハボート2は、例えば上下に配置された環状の支持板20と、支持板20を接続する例えば4本の支柱(棒状部材)21とを有する。支持板20及び支柱21は石英製である。支柱21には、4本の支柱21間で高さが揃うように多数の溝(凹部)22が上下方向に間隔をおいて形成される。ウエハWの夫々は、各高さレベルにある4本の支柱21の溝22に、エッジが挿入された状態で水平に支持される。

[0019] 図2は、図12に示す装置の反応管(処理室)1を示す縦断側面図である。図2に示すように、反応管1は、上端部に排気口15を有すると共に、下端部にロードポート16を有する石英製の筒状体からなる。図1に示すウエハボート2は、ロードポート16を介して反応管1に対してロード及びアンロードされる。

[0020] 図3A〜Cは、ウエハボート2の支柱21の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる検査補助デバイス3を示す斜視図、縦断側面図、及び端面図である。図3A〜Cに示すように、検査補助デバイス3は、直方体形状の容器として形成されたフレーム30を有する。フレーム30は、望ましくは、後述するエッチング液に対して耐食性を有する材質、例えばPFA、PTFEなどのフッ素系樹脂からなる。

[0021] フレーム30の両端部の幾分内側には、1対の端板32が配設される。1対の端板32

とフレーム30の1対の側板35及び底板36とにより液密な液受け部31が形成される。液受け部31は、後述するエッチング液の処理液を貯留すると共に、支柱21の検査対象部を処理液に接触させる寸法を有するように設定される。1対の端板32は、支柱21の所定間隔をおいた2つの溝(凹部)22に挿入されるように配設される。側板35の高さは端板32よりも大きく、且つ支柱21の全面から背面までの高さよりも大きい(図3C参照)。端板32が支柱21の2つの溝22に挿入された状態において、検査対象部である2つの溝22間の部分が、液受け部31内に貯留された処理液中に浸漬される。

[0022] 側板35の両端部は端板32よりも外方側まで突出して伸びる。側板35の両端部において、2つの側板35間には、検査補助デバイス3を支柱21に取り付けるためのラッチ33が配設される。検査補助デバイス3が支柱21に取り付けられた状態において、1対のラッチ33と1対の端板32との間に支柱21が挟まれる。各ラッチ33の基端部は一方の側板35の上面に、ネジ34aを介して軸支される。一方、各ラッチ33の先端部には、他の側板35の上面に配設されたネジ34bに係合する切り欠き33aが形成される。従って、各ラッチ33は、ネジ34aを中心として、検査補助デバイス3を支柱21に係止するための位置(切り欠き33aがネジ34bに係合)と、検査補助デバイス3を支柱21から解放するための位置(切り欠き33aがネジ34bから外れる)との間で旋回可能である。

[0023] 図4A、Bは、反応管1の曲面状内面の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる検査補助デバイス4を示す斜視図及び縦断側面図である。図4Aに示すように、検査補助デバイス4は環状部材40からなり、これは、望ましくは、後述するエッチング液に対して耐食性を有する材質、例えばPFA、PTFEなどのフッ素系樹脂からなる。図4Bに示すように、環状部材40は、反応管1の曲面状内面と協働して、検査対象部を包囲し且つ後述するエッチング液の処理液を貯留するための液受け部41を形成する。このため、環状部材40は、反応管1の曲面状内面と隙間のない液密な状態で密接することができる凸状曲面の(反応管1の曲面状内面に対する相補形状)の底面を有する。

[0024] 例えば、検査補助デバイス4が反応管1の周胴部を検査対象部とする場合は、環状

部材40の底面の湾曲は小さく設定される。また、検査補助デバイス4が反応管1の排気口15のネック部を検査対象部とする場合は、環状部材40の底面の湾曲は大きく設定される。このようにして、環状部材40の底面が反応管1の内面に密接することにより、環状部材40の下側開口部が塞がれて反応管1の内面を底面とする液受け部41が形成される。環状部材40の厚み及び直径は、所定量の処理液を貯留できるように設定される。

[0025] 次に、検査補助デバイス3の使用方法について説明する。図5A、Cは、検査補助デバイス3を使用してウェハポート2の支柱21の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査を工程順に示す図である。図5Bは図5A中の部分VBを拡大して示す斜視図である。

[0026] 先ず、図5A、Bに示すように、検査対象部を含む支柱21aに形成された溝22が下方に向くようにウェハポート2を横置きにする。この状態のウェハポート2に対して、検査補助デバイス3の両ラッチ33を開放状態として、下方から端板32を支柱21aの溝22に挿入するように、検査補助デバイス3に係合させる。次に、ラッチ33を回転させて閉鎖状態(ラッチ33の切り欠き33aがネジ34bに係合)とし、検査補助デバイス3を支柱21aに係止固定する。この時、検査補助デバイス3のフレーム30が、できるだけ水平姿勢となるようにすることが望ましい。

[0027] 検査補助デバイス3を支柱21aに固定した後、図5Cに示すように、エッチング液からなる処理液を、注入器5、例えばスポイト、マイクロシリンジなどを用いて検査補助デバイス3の液受け部31に供給する。処理液(エッチング液)は、例えば0～10重量%の硝酸と、0.5～25重量%のフッ酸とを含む溶液からなる。処理液の量L1は、液受け部31内で、検査対象部(支柱21の溝22が形成された部分)を処理液に浸漬できる値、例えば0.5～40mlに設定される。なお、また、検査補助デバイス3を支柱21aに取り付ける前に、液受け部31内に、予め所定量の処理液を注入しておいてもよい。

[0028] 図6は、表面から1 μ mの深さまで石英をエッチングするためのフッ酸の濃度とエッチング時間との関係を示す図である。このように、予め実験を行って求めた所定のエッチング深さのための、処理液の組成と処理時間との関係に基づいて処理を行う。即

ち、所定時間に亘って、常温、常圧で検査対象部を処理液に浸漬し、そのエッチングを行う。これにより、処理液に浸漬している検査対象部の石英及び金属不純物が当該処理液中に溶け込む。なお、フッ酸の濃度が高すぎると激しく発泡して面内で均一なエッチングができない。また、フッ酸の濃度が低すぎるとエッチングするのに長時間要する。これらの理由から、特に0.1重量%の硝酸を含む10重量%のフッ酸を選択して常温、常圧で15分間のエッチングを行うのが望ましい。

[0029] 次に、検査補助デバイス4の使用方法について説明する。図7A、Bは、検査補助デバイス4を使用して反応管1の曲面状内面の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査を工程順に示す図である。

[0030] 先ず、図7Aに示すように、例えば排気口15が垂直上向きとなるように、反応管1を横置きにする。この状態の反応管1に対して、ロードポート16を通して検査補助デバイス4を導入し、曲面状内面上に検査補助デバイス4の環状部材40を載置する。この時、環状部材40の裏面を反応管1の曲面状内面と密接させ、これにより検査対象部を包囲する液受け部41を形成する。

[0031] 検査補助デバイス4を反応管1の曲面状内面上に配置した後、図7Bに示すように、エッチング液からなる処理液を、注入器5、例えばスポイト、マイクロシリンジなどを用いて液受け部41に供給する。処理液の組成、供給量、処理時間は、図5A～Cを参照して述べた検査補助デバイス3の場合と同様である。

[0032] 次に、例えば原子吸光分析装置(AAS)、誘導結合プラズマ原始発光分析装置(ICP-AES)、誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)などの分析装置を用いて、エッチング後の処理液の分析を行う。この分析の工程は、検査補助デバイス3、4の両者に共通である。図8A～Dは、エッチング後の処理液の分析を工程順に示す図である。

[0033] 先ず、図8のステップS1に示すように、例えば注入器5を用いて液受け部31(41)にある処理液(一次処理液)を別の容器例えば蒸発皿61に移し替える(回収作業)。次に、図8のステップS2に示すように、蒸発皿61を蒸発器62により形成された、例えば200℃の加熱雰囲気中に例えば30分間おく。これにより、処理液中の水分、フッ化水素及び硝酸を蒸発させることにより、石英及び金属不純物を析出させる。次に、蒸

発皿61を加熱雰囲気から取り出して例えば室温まで自然冷却させる。

[0034] 次に、図8のステップS3に示すように、蒸発皿61上に析出させた石英及び金属不純物の析出物を、エッチング液である二次処理液(溶解液)で溶解する。二次処理液(エッチング液)は、例えば1重量%以下のフッ化水素及び硝酸を含む希薄なフッ酸からなる。二次処理液は、処理液の液量L1よりも少ない液量L2、例えば4.5mlだけ使用される。

[0035] 次に、図8のステップS4に示すように、析出物を溶解した二次処理液を、誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)を用いて分析する。例えば、二次処理液中の金属不純物(銅、鉄等の複数の金属が含まれる場合には金属毎)の質量 m_1 (g)と、石英の質量 m_2 (g)とを測定する。これにより得られた測定値を用いて、石英中の金属不純物濃度 c (%)($=m_1 / (m_1 + m_2) \times 100$)を求める。なお、二次処理液中の金属不純物の質量はナノグラム(ng)とごく微量であり、従って、石英中の金属不純物濃度は例えばppbオーダーである。

[0036] 上述の方法では、検査対象部からエッチングされた石英の質量を、二次処理液中に溶解する石英から求める。これに代えて、以下の方法によって、検査対象部からエッチングされた石英の質量を求めることもできる。即ち、検査補助デバイスからエッチング後の一次処理液を蒸発皿61等の別の容器に移し替えるとき、処理液を金属分析用と石英分析用とに分割して別々の容器に移し替える。一方の容器内の一次処理液は、上述のように蒸発乾固すると共に、二次処理液を加えて金属の質量を求める。他方の容器内の一次処理液は、同様に蒸発乾固した後、上記二次処理液と同じ組成または別の組成の処理液を加えて石英の質量を求める。

[0037] 上述の実施形態によれば、任意の場所に配置することができる検査補助デバイス3、4により石英製品の一部をエッチング液からなる処理液に浸漬させ、次に、この処理液に溶け込んだ金属を同定する。このため、反応管1、ウエハポート2などの石英製品の検査対象部を検査するのに、石英製品を粉砕または一部を切り取る必要がない。即ち、新品の石英製品、洗浄後の石英製品などについて、金属不純物が許容値以下であるとの保証するため、当該製品を非破壊で分析することができる。このように保証された石英製品を使用することで、ウエハWの金属汚染を抑えることができる。また

、検査対象部の金属不純物濃度をピンポイントで把握することができるため、サンプリングを簡単に行うことができ、作業性が良い。

[0038] 検査において、石英製品の検査対象部(表面)以外から処理液中に金属が溶け込まないので、結果として検査対象部を高精度に分析することができる。特に、ウエハボート2の支柱21に形成された溝22は、石英を加工するときに金属加工具に触れた箇所である。溝22は、ウエハWが接触するため、その表層部の金属不純物濃度を特に正確に測定する必要がある。かかる観点から、検査補助デバイス3は極めて有効である。

[0039] 上述の実施形態によれば、一次処理液を蒸発乾固して金属を析出させ、この析出物を一次処理液よりも液量の少ない二次処理液に溶解させる。この場合、金属を溶解する溶媒の液量が少ない状態でICP-MSによって分析するため、分析誤差を小さくすることができる。即ち、一次処理液中に溶け込む金属は極微量であることから、金属濃度が分析機器の検出下限を下回る場合もある。これに対して、二次処理液のように溶媒の液量を少なくすることで金属不純物濃度を見掛け上高くすることができる。このため、例えば一次処理液に溶け込んでいる金属の濃度が分析装置の検出下限値付近にある場合でも、信頼できる分析結果が得られる濃度にまで高めることができる。換言すれば、二次処理液のように溶媒の液量を少なくすることで、検出下限値の高い安価な装置を用いることが可能となる。

[0040] 上述の実施形態によれば、一次処理液中に高濃度に含まれているフッ化水素を蒸発させ、例えば0.1重量%以下の希薄なフッ酸の二次処理液に溶媒を替える。この場合、分析時に、溶媒から蒸発する蒸気圧に見合うフッ化水素の量が少なくなり、フッ化水素による重量スペクトル干渉が小さくなる。このため、分析誤差を小さくことができ、高精度な分析をすることができる。

[0041] 上述の実施形態によれば、エッチング深さが1 μm となるように、処理液(エッチング液)の組成と処理時間との関係に基づいてエッチングを行う。この場合、1 μm の深さ毎に分析することができるので、金属不純物が付着しやすい表層部近くの非常に薄い層内にある金属不純物を高精度に分析することができる。また膜厚計などを用いて分析毎に実際のエッチング深さを測定する手間を省くことができるので、分析時間の

短縮化を図ることができる。更に、種々のフッ酸濃度におけるエッチング時間とエッチング深さとの関係はリニアな相関関係にある。この場合、処理時間を変えることにより、例えば1〜10 μm の範囲で選択するエッチング深さを制御することもできる。

[0042] 図9A〜Cは、ウェハボート2の支柱21の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる別の検査補助デバイス3Xを示す斜視図、縦断側面図、及び端面図である。図9A〜Cに示すように、検査補助デバイス3Xは、図3A〜Cに示す検査補助デバイス3のラッチ32を有していない。代わりに、検査補助デバイス3Xは、1対の端板32の外側に配設された複数の係合板32Xを有する。1対の端板32及び係合板32Xは、支柱21の溝22に、密着係合状態で挿入される。端板32及び係合板32Xと溝22との密着係合（表面の摩擦力）により、検査補助デバイス3Xが支柱21に取り付けられる。なお、端板32溝22との密着係合だけで、検査補助デバイスを支柱21に取り付けることができる場合は、係合板32Xは不要となる。

[0043] 検査補助デバイス3Xを用いて検査を行う場合は、図5A〜Cを参照して説明したように、先ず、検査補助デバイス3Xを支柱21に水平に取り付ける。次に、エッチング液からなる処理液を、検査補助デバイス3Xの液受け部31に供給し、検査対象部（支柱21の溝22が形成された部分）を処理液に浸漬する。なお、検査補助デバイス3Xを支柱21に取り付ける前に、液受け部31内に、予め所定量の処理液を注入しておいてもよい。処理液で所定時間エッチングした後、図8A〜Dに示す手順で、エッチング後の処理液の分析を行う。

[0044] 図10A、Bは、反応管1の曲面状内面の表面層中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる別の検査補助デバイス4X、4Yを示す縦断側面図である。図10Aに示す検査補助デバイス4Xの場合、環状部材40の裏面側に例えば柔軟性のあるシール部材42が配設される。環状部材40を上から抑圧してシール部材42を反応管1に密着させることにより、液密性のより高い液受け部41を形成することができる。

[0045] 図10Bに示す検査補助デバイス4Yの場合、環状部材40の内部に埋設された磁石43を含む。この場合、環状部材40は、反応管1を挟んで環状部材40と対向して配置した別の磁石44の磁力を利用して固定することができる。その他の固定手段により、環状部材40を反応管1上に固定することもできる。このように、環状部材40を固定

することにより、処理液を注入して所定の処理時間が経過するまでの間に環状部材40がずれて検査対象部以外の石英が溶け込むことが抑えられる。また、作業者が環状部材40を手で抑えていなければならないといった手間を省くことができる。

[0046] 環状部材40はリング状に限られず、例えば上方からみて矩形状であってもよい。また反応管1の外周面を検査するように、環状部材を変更することもできる。この場合、環状部材の底面は、反応管1の曲面状外面に対する相補形状として、凹状曲面を形成することとなる。

[0047] 一次処理液によりエッチングされた石英の質量は、分析装置を用いたデータに依らなくても求めることができる。例えば、処理液に浸漬した領域の面積、エッチング深さ（上述の例では1 μ m）からエッチング容積を計算により算出する。次に、このエッチング容積に石英の密度を乗じて得られた値を石英の質量と推定する。

[0048] 一次処理液は、完全に蒸発させて石英及び金属不純物を析出させなくともよい。例えば、ある程度の液分を蒸発させて液量を少なくし、この濃縮液を分析するようにもよい。このような構成であっても処理液の液量を少なくできるので上述の場合と同様の効果を得ることができる。更に、前述のフッ化水素の影響によるICP-MSの分析誤差を小さくするため、回収した処理液に例えばアルカリ成分などを添加してフッ化水素を分解させるようにもよい。

[0049] <実験>

次に、上述の実施形態の効果を確認するため、実験を行った。

[0050] （実験1）

実験1では、ICP-MSの種々の金属に対する検出下限値を測定した。まず所定量の石英を含み、銅濃度が種々の濃度となるように所定量の試薬銅を含むサンプル液（処理液に相当）を調製した。このサンプル液を蒸発乾固した後、析出した銅を溶解液に溶解させて希薄サンプル液を調製し、ICP-MSにより銅と石英の質量を分析した。この分析結果を用いて石英中の銅濃度に換算した値と、前記既知の濃度の値とが一致する濃度の最小値を検出下限値とした。ナトリウム(Na)、アルミニウム(Al)、クロム(Cr)、鉄(Fe)、ニッケル(Ni)、亜鉛(Zn)について同様のことを行った。

[0051] （実験2）

実験2では、AASを用いてサンプル液を直接分析したことを除いて実験1と同様のことを行った。

[0052] (実験1、2の結果と考察)

図11は、実験1、2により得られたICP-MS及びAASの検出下限値を示す特性図である。この結果から明らかなように、例えば銅でみると、AASの検出下限が36ppbであるのに対し、ICP-MSの検出下限は4.5ppbと極めて低い。また他の金属についてもICP-MSの検出下限はAASのものを大幅に下回っている。即ち、ICP-MSを用いた分析を行うことにより極めて高精度な分析をすることができることが確認された。

[0053] 但し、蒸発乾固しないで高濃度なフッ酸を直接ICP-MSで分析する場合、既述したように分析誤差が生じる。従って、そのような分析結果は信頼できないものであることから、実験1、2では比較する対象から除いている。即ち、蒸発乾固する工程を含むことでICP-MSによる分析技術の信頼性を高めることができる。

産業上の利用可能性

[0054] 本発明に係る検査方法及び検査補助デバイスによれば、半導体処理装置の石英製品の検査対象部中に含まれる金属不純物を、非破壊検査により同定することができる。

請求の範囲

- [1] 半導体処理装置の石英製棒状部材の検査対象部をエッチング液からなる処理液に接触させ、次に前記処理液を分析して前記検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる検査補助デバイスであって、ここで、前記棒状部材は前記検査対象部を挟んで位置する1対の凹部を有することと、そして前記デバイスは、
前記1対の凹部と係合する1対の端板と、
前記1対の端板を接続するフレームと、
前記1対の端板間に配設された液受け部と、前記液受け部は、前記処理液を貯留すると共に、前記検査対象部を前記処理液に接触させる寸法を有することと、
を具備する。
- [2] 請求の範囲1に記載のデバイスにおいて、
前記デバイスを前記棒状部材に取り付ける1対のラッチを具備し、前記1対のラッチと前記1対の端板との間に前記棒状部材が挟まれる。
- [3] 請求の範囲2に記載のデバイスにおいて、
前記1対のラッチは前記フレームに軸支され、前記デバイスを前記棒状部材に係止するための位置と、前記デバイスを前記棒状部材から解放するための位置との間で旋回可能である。
- [4] 請求の範囲1に記載のデバイスにおいて、
前記1対の凹部と前記1対の端板との密着係合により、前記デバイスが前記棒状部材に取り付けられる。
- [5] 請求の範囲1に記載のデバイスにおいて、
前記棒状部材は、前記半導体処理装置で処理される被処理基板を支持するための複数の溝を具備し、前記1対の凹部は前記複数の溝の2つである。
- [6] 請求の範囲5に記載のデバイスにおいて、
前記1対の端板以外に前記複数の溝に挿入される複数の係合板を更に具備し、前記複数の溝と、前記1対の端板及び前記係合板との密着係合により、前記デバイスが前記棒状部材に取り付けられる。
- [7] 請求の範囲1に記載のデバイスにおいて、

前記液受け部は、前記1対の端板及び前記フレームによって形成される容器内の空間からなる。

[8] 請求の範囲7に記載のデバイスにおいて、

前記1対の端板及び前記フレームは、フッ素系樹脂から実質的になる。

[9] 半導体処理装置の石英製反応管の検査対象部をエッチング液からなる処理液に接触させ、次に前記処理液を分析して前記検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する検査に用いる検査補助デバイスであって、ここで、前記石英製反応管は曲面状表面上に前記検査対象部を有することと、そして前記デバイスは、

前記曲面状表面に密接する底面を有し、前記曲面状表面と協働して前記検査対象部を包囲し且つ前記処理液を貯留するための液受け部を形成する環状部材、を具備する。

[10] 請求の範囲9に記載のデバイスにおいて、

前記環状部材は、フッ素系樹脂から実質的になる。

[11] 請求の範囲9に記載のデバイスにおいて、

前記環状部材は、前記底面に配設された柔軟性のあるシール部材を更に具備する。

[12] 請求の範囲9に記載のデバイスにおいて、

前記環状部材は、埋設されたマグネットを更に具備する。

[13] 半導体処理装置の石英製品の検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する検査方法であって、

前記検査対象部を液体に接触させるための液受け部を形成する検査補助デバイスを前記石英製品上に配置する工程と、

前記液受け部に入れたエッチング液からなる処理液に前記検査対象部を所定時間接触させることにより、前記検査対象部のエッチングを行う工程と、

前記エッチング後の前記処理液を分析装置で分析して前記検査対象部中に含まれる前記金属不純物を同定する工程と、を具備する。

[14] 請求の範囲13に記載の方法において、

前記検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する工程は、
前記エッチング後の前記処理液を蒸発乾固することにより石英及び前記金属不純物を析出させて析出物を得る工程と、
前記処理液の量よりも少ない量のエッチング液の二次処理液で前記析出物を溶解する工程と、
前記析出物を溶解した前記二次処理液を分析装置で分析する工程と、
を具備する。

- [15] 請求の範囲13に記載の方法において、
前記検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する工程は、
前記接触後の前記処理液を濃縮して濃縮液を得る工程と、
前記濃縮液を分析装置で分析する工程と、
を具備する。
- [16] 請求の範囲13に記載の方法において、
前記検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する工程は、誘導結合プラズマ質量分析装置で行う。
- [17] 請求の範囲13に記載の方法において、
前記検査対象部のエッチングを行う工程における前記所定時間は、前記エッチング液で石英をエッチングしたときの処理時間と石英のエッチング量との予め準備された関係に基づいて、目的とするエッチング深さに対応して決定される。
- [18] 請求の範囲13に記載の方法において、
前記検査対象部中に含まれる金属不純物を同定する工程は、
前記エッチング後の前記処理液を分析して石英の量と前記金属不純物の量とを検出する工程と、
前記石英の量と前記金属不純物の量とから、前記検査対象部中の前記金属不純物の濃度を推定する工程と、
を具備する。
- [19] 請求の範囲13に記載の方法において、
前記石英製品は、前記半導体処理装置で処理される被処理基板を支持するため

の複数の溝を具備する棒状部材であり、前記棒状部材は前記検査対象部を挟んで位置する1対の凹部を有し、

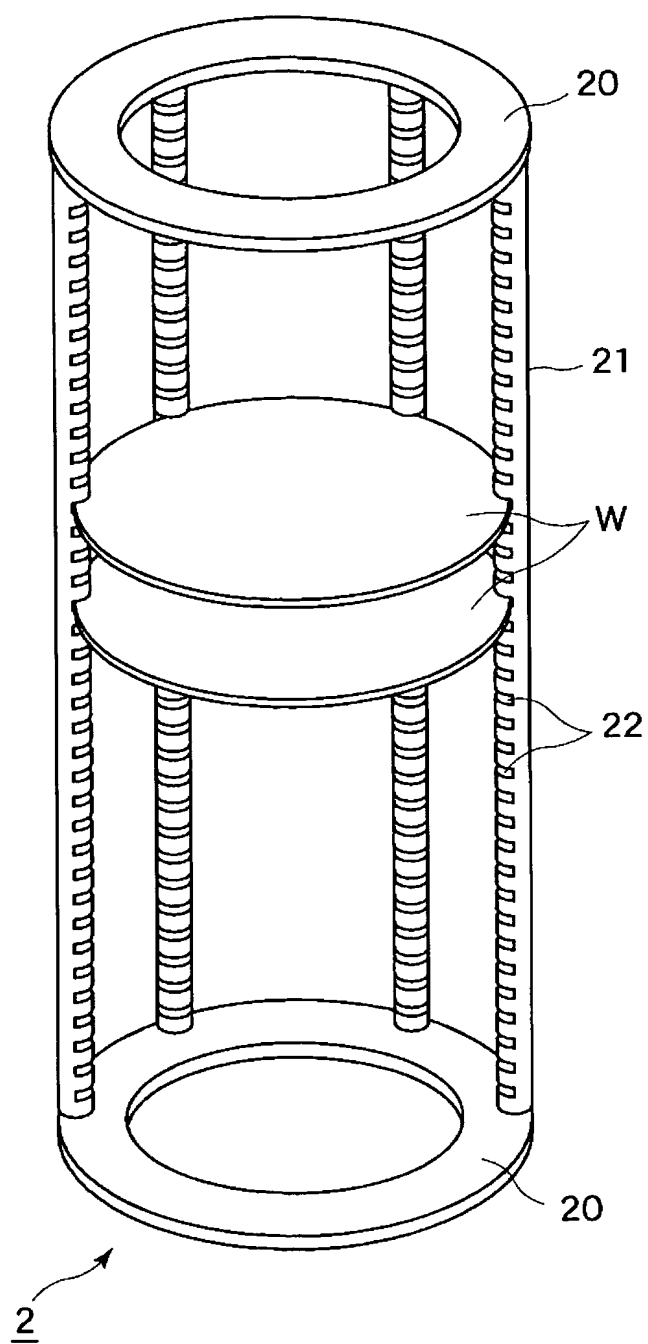
前記検査補助デバイスは、前記1対の凹部と係合する1対の端板と、前記1対の端板を接続するフレームと、前記1対の端板間に配設された前記液受け部と、を具備し、前記液受け部は、前記処理液を貯留すると共に、前記検査対象部を前記処理液に接触させる寸法を有する。

[20] 請求の範囲13に記載の方法において、

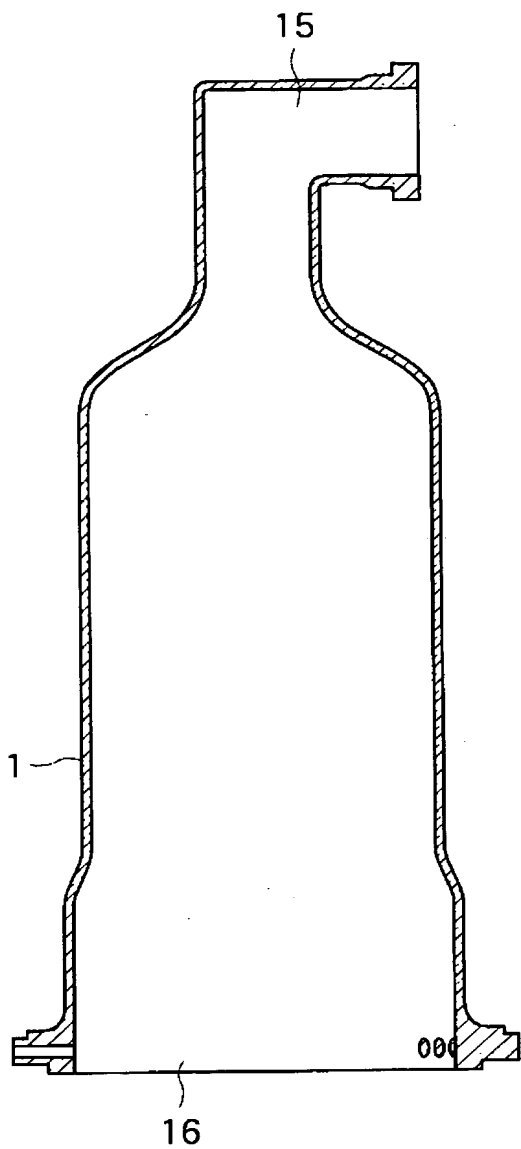
前記石英製品は、前記半導体処理装置の石英製反応管であり、前記石英製反応管は曲面状表面上に前記検査対象部を有し、

前記検査補助デバイスは、前記曲面状表面に密接する底面を有し、前記曲面状表面と協働して前記検査対象部を包囲し且つ前記処理液を貯留するための前記液受け部を形成する環状部材を具備する。

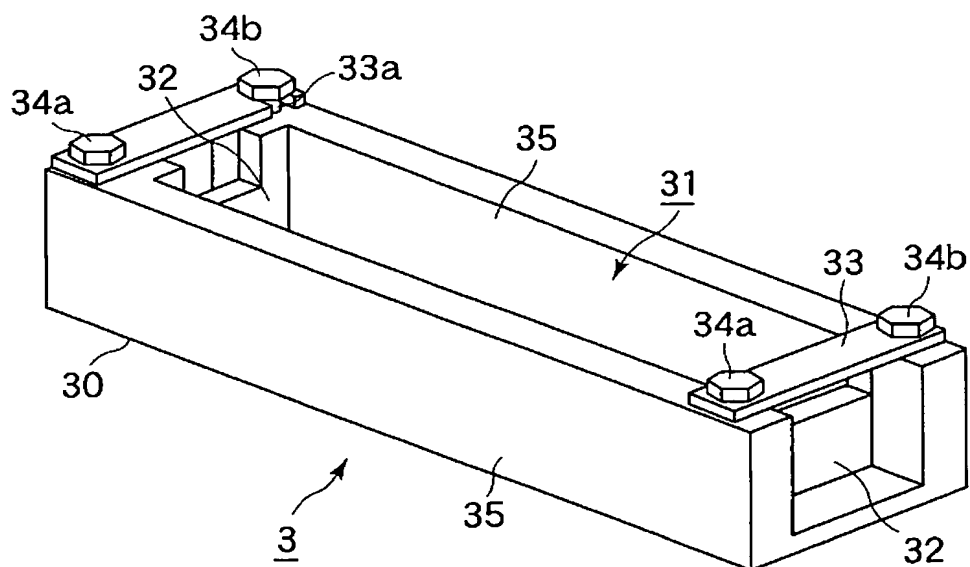
[図1]

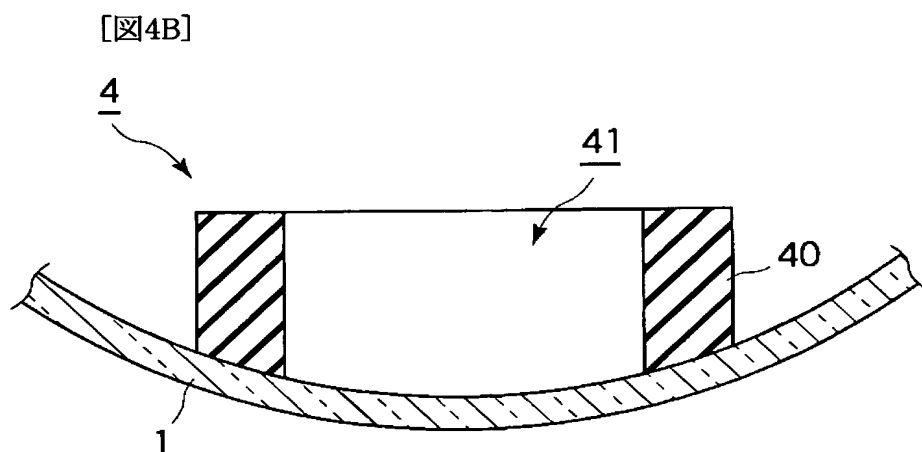
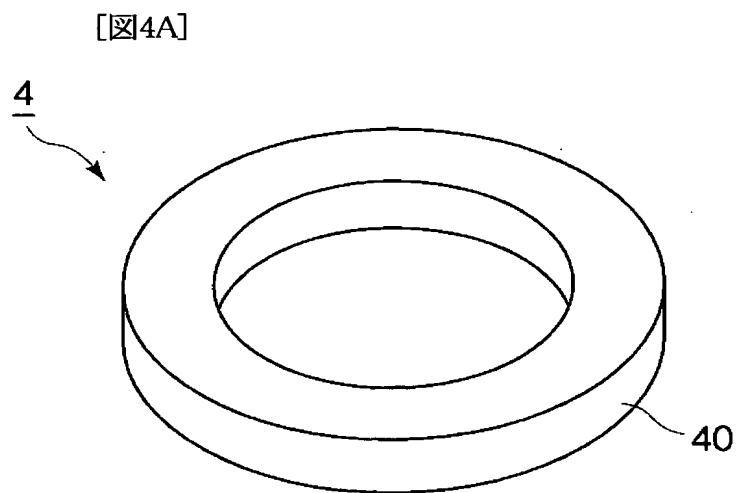
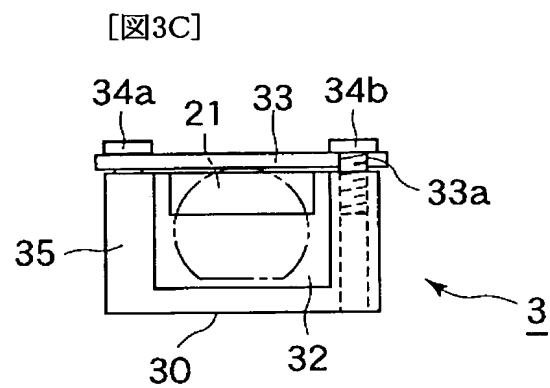
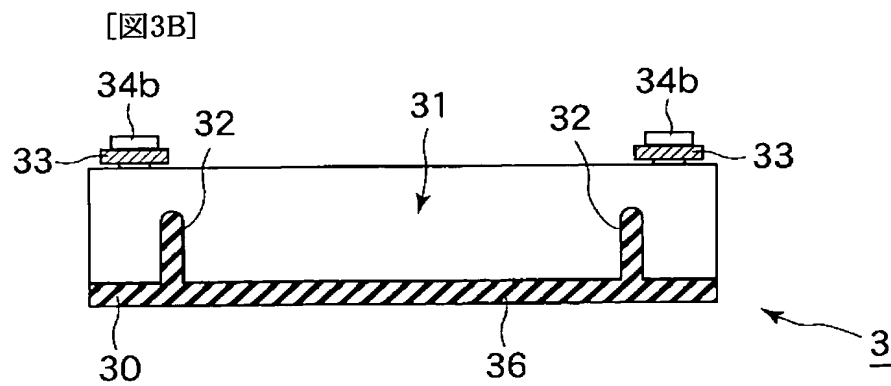


[図2]

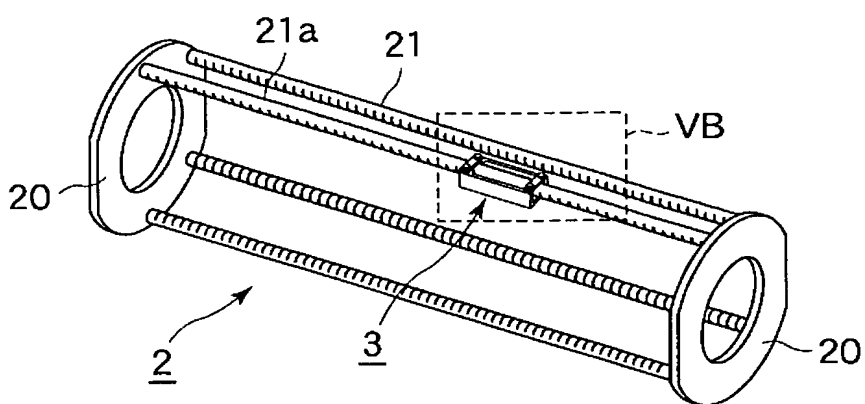


[図3A]

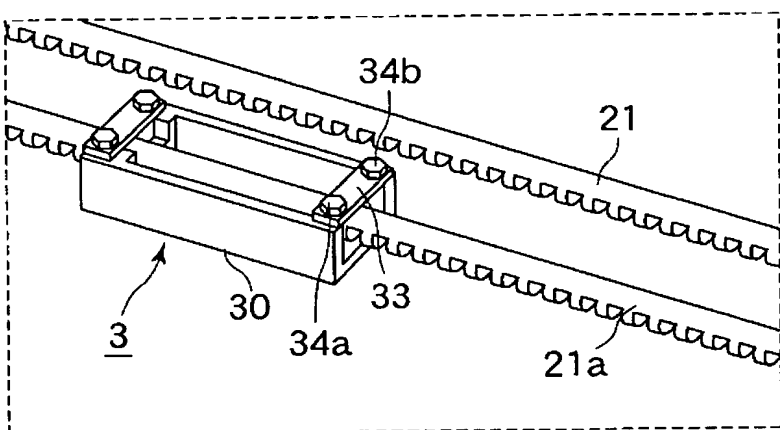




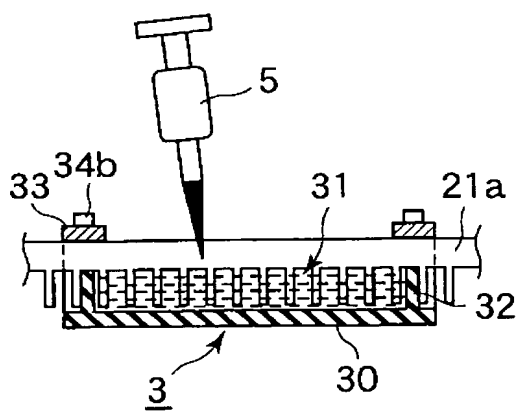
[図5A]



[図5B]



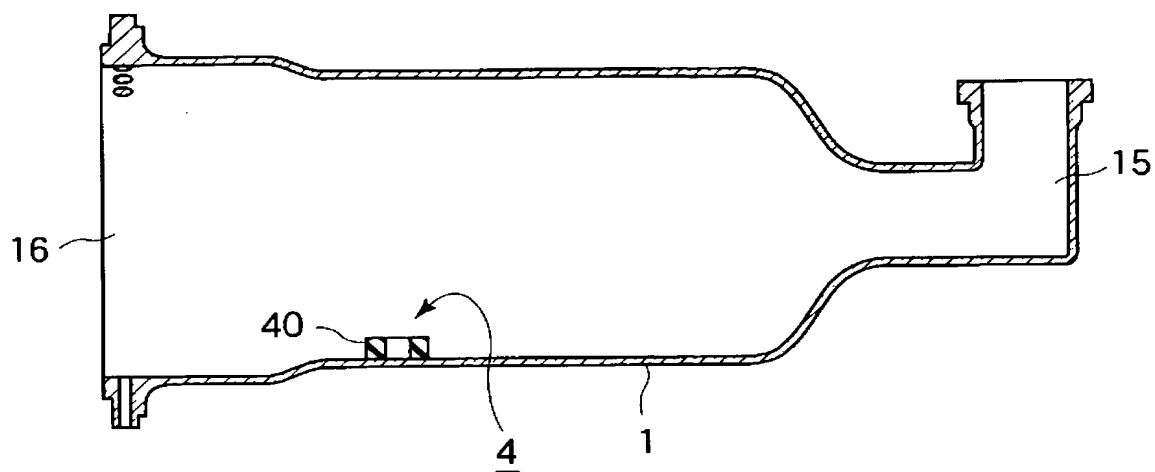
[図5C]



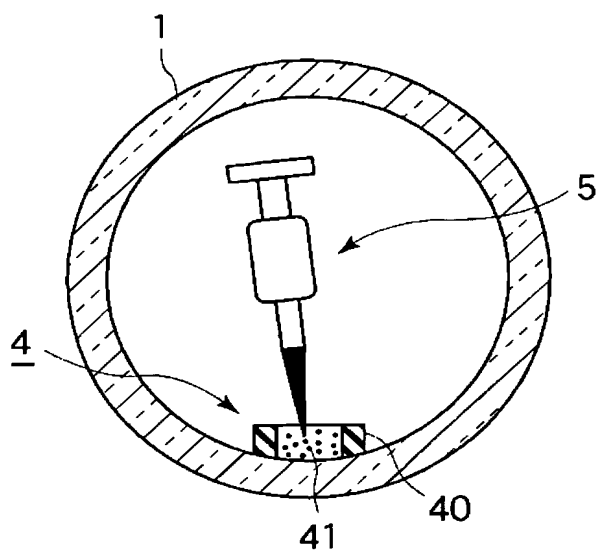
[図6]

HF濃度 (重量%)	5	10	25
エッチング時間 (min)	35	15	5

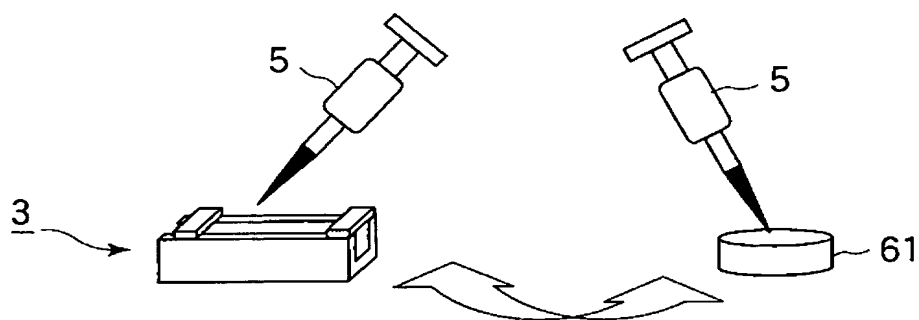
[図7A]



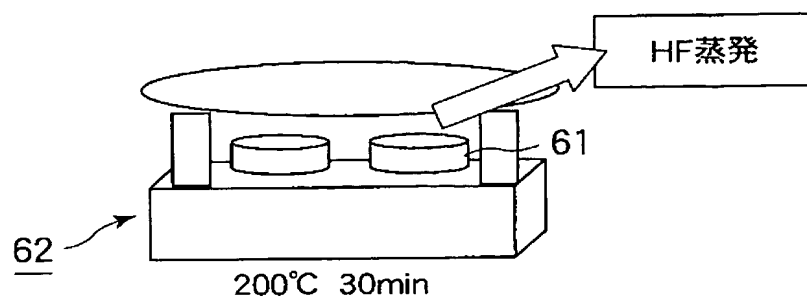
[図7B]



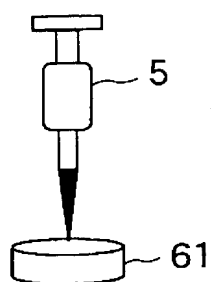
[図8A]



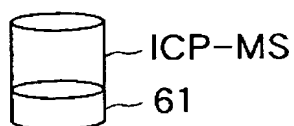
[図8B]



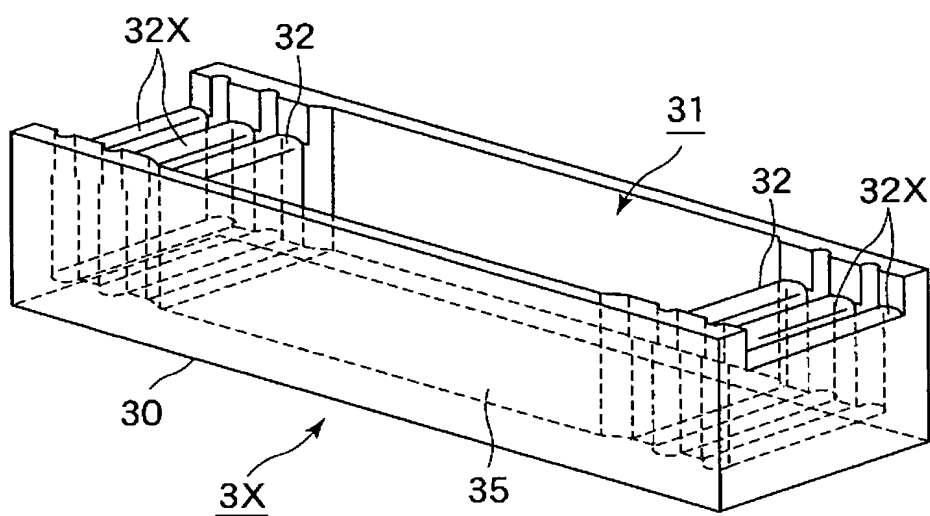
[図8C]



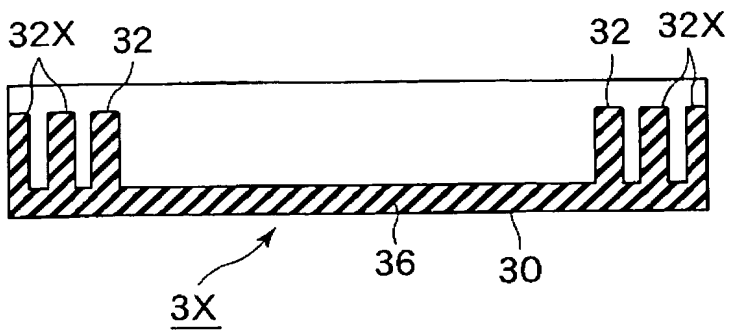
[図8D]



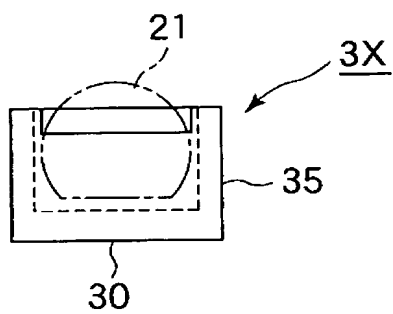
[図9A]



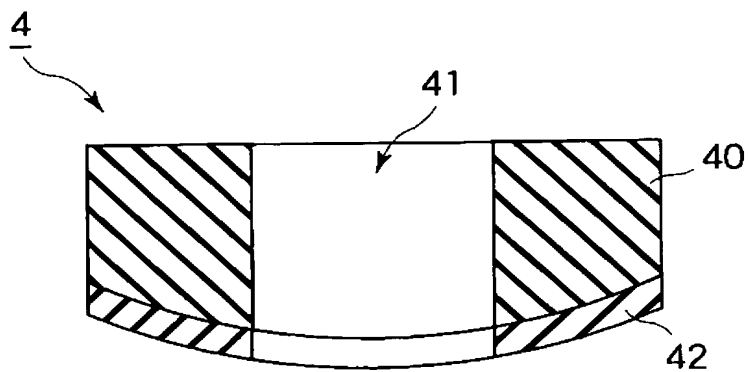
[図9B]



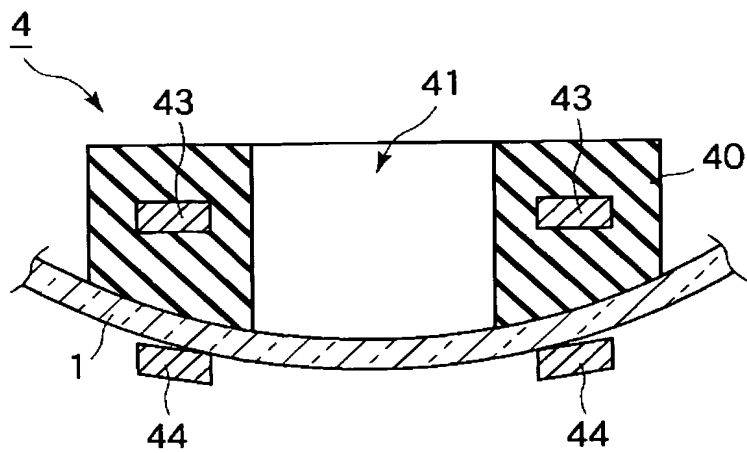
[図9C]



[図10A]



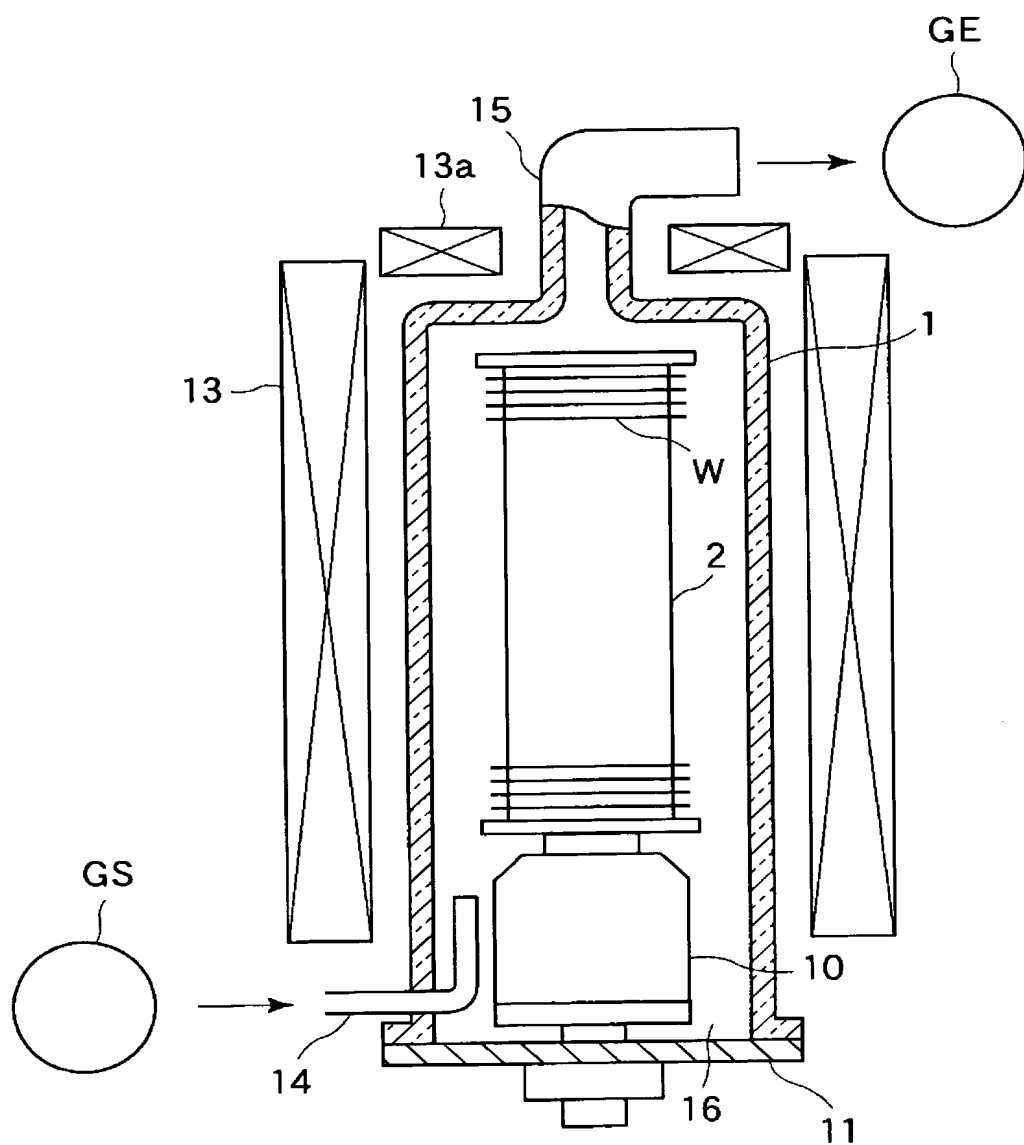
[図10B]



[図11]

		Na	Al	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn
AAS	測定値 (ng)	0.05	0.24	0.08	0.17	0.14	0.08	0.02
	換算値 (ppb)	22.5	108	36	76.5	63	36	9
ICP-MS	測定値 (ng)	0.006	0.027	0.015	0.016	0.006	0.01	0.012
	換算値 (ppb)	2.7	12.2	6.8	7.2	2.7	4.5	5.4

[図12]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/012953

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ G01N1/32, G01N1/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ G01N1/32, G01N1/28

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y/A	JP 2003-202278 A (Toshiba Corp.), 18 July, 2003 (18.07.03), Drawings; Par. Nos. [0009], [0020], [0023] (Family: none)	9,10,13-20/ 1-8,11,12
Y/A	JP 2003-522708 A (Tokyo Electron Ltd.), 29 July, 2003 (29.07.03), Full text & WO 2001/059189 A & EP 1261761 A & US 2003/0000458 A	9,10,13-20/ 1-8,11,12
Y/A	JP 2001-223251 A (Tokyo Electron Ltd.), 17 August, 2001 (17.08.01), Full text (Family: none) &	9,10,13-20/ 1-8,11,12

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
06 October, 2004 (06.10.04)

Date of mailing of the international search report
26 October, 2004 (26.10.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/012953

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 9-257669 A (Shin-Etsu Quartz Products Co., Ltd.), 03 October, 1997 (03.10.97), Claims & US 5877027 A	13-20
Y	JP 2001-242052 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 07 September, 2001 (07.09.01), Claims (Family: none)	13-20
Y	JP 2001-077158 A (NEC Corp.), 23 March, 2001 (23.03.01), Par. Nos. [0013] to [0015] (Family: none)	13-20
A	JP 2001-66232 A (Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.), 16 March, 2001 (16.03.01), (Family: none)	1-20

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ G01N1/32, G01N1/28

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ G01N1/32, G01N1/28

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2004年
日本国登録実用新案公報	1994-2004年
日本国実用新案登録公報	1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y/A	JP 2003-202278 A (株式会社東芝) 2003. 07. 18 図面、【0009】、【0020】及び【0023】 (ファミリーなし)	9, 10, 13-20/ 1-8, 11, 12
Y/A	JP 2003-522708 A (東京エレクトロン株式会社) 2003. 07. 29 全文 & WO 2001/059189 A & EP 1261761 A & US 2003/0000458 A	9, 10, 13-20/ 1-8, 11, 12
Y/A	JP 2001-223251 A (東京エレクトロン株式会社) 2001. 08. 17 全文 (ファミリーなし)	9, 10, 13-20/ 1-8, 11, 12

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06. 10. 2004

国際調査報告の発送日

26.10.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山村 祥子

2 J

9 2 1 7

電話番号 03-3581-1101 内線 3251

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 9-257669 A (信越石英株式会社) 1997. 10. 03 特許請求の範囲 & US 5877027 A	13-20
Y	JP 2001-242052 A (住友金属工業株式会社) 2001. 09. 07 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	13-20
Y	JP 2001-077158 A (日本電気株式会社) 2001. 03. 23 【0013】 - 【0015】 (ファミリーなし)	13-20
A	JP 2001-66232 A (コマツ電子金属株式会社) 2001. 03. 16 (ファミリーなし)	1-20